## **EUROPEAN PATENT OFFICE**

## **Patent Abstracts of Japan**

PUBLICATION NUMBER

07025853

PUBLICATION DATE

27-01-95

**APPLICATION DATE** 

14-07-93

APPLICATION NUMBER

05196888

APPLICANT: ISHIHARA SANGYO KAISHA LTD;

INVENTOR: KAGIMOTO CHIHARU;

INT.CL.

: C07D213/82 A01N 43/40 A01N 43/42

A01N 43/58 A01N 43/60 A01N 43/78 A01N 43/80 C07D401/12 C07D405/12

C07D409/12

TITLE

AMIDO COMPOUND OR ITS SALT, ITS

PRODUCTION AND CONTROLLER FOR HARMFUL ANIMAL CONTAINING

THE SAME

ABSTRACT: PURPOSE: To obtain a new amido compound useful as an active ingredient for a controller for harmful animals such as insecticide, acaricide, nematocide and agent for exterminating insect pests in soil by reacting a 4- trifluoromethylpyridine-3-carboxylic acid with a heterocyclic amine compound.

> CONSTITUTION: A 4-trifluoromethylpyridine-3-carboxylic acid or its reactive derivative is reacted with a heterocyclic amine compound of the formula HN(R)- A-X [A is alkanediyl; X is (substituted) heterocyclic group; R is H or alkyl; with the proviso that when R is H and A is methylene, X is nonsubstituted pyridine, nonsubstituted thienyl or nonsubstituted furyl] (e.g. 5-trifluoromethyl-2 pyridylmethylamine) in the presence of a base such as triethylamine at room temperature for 18 hours to give the objective amido compound of the formula useful as an active ingredient for a controller for harmful animals such as insecticide, acaricide, nematocide and agent for destroying insect pests in soil.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO

			See .	
		е Э. ф. ф.		
		***		. The state of the
	4.	•		
	s the			
			•	
			* - 20 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 -	\$ 3
				90. 2. 3 3. 4 3. 4
용하는 사람들이 되었다. 그런 사람들은 사용하는 사용하는 사람들이 되었다. 그런 사람들이 가장하는 것이 되었다. 그는 사람들이 되었다. 그는 사람들이 되었다. 통하는 사람들이 되었다. 그는 사람들이 사용하는 사람들이 되었다. 그런 사람들이 되었다. 그는 사람들이 사용하는 것이 되었다. 그는 사람들이 되었다. 그는 사람들이 사용하는 것이 되었다. 그는 사람들이 사람들이 사용하는 것이 되었다. 그런 사람들이 되었다면 되었다. 그런 사람들이 되었다면 되었다면 되었다면 되었다. 그런 사람들이 되었다면 되었다면 되었다면 되었다면 되었다면 되었다면 되었다면 되었다면		• <b>1</b> 134		
[편집] 그 그 보고 있는 것이 되었다. 그는 그리고 있는 것이 없는 것이 되는 것이 되는 것이 되었다. [편집] 그 그 그 그 그 그 것이 되는 것이 되는 것이 되는 것이 되었다. 그는 것이 되는 것이 되는 것이 되는 것이 되었다. [편집] 그 그 그 그 그 그 그 것이 없었다. 하는 그 그 점에 되는 것이 하는 것이 되었다. 그 그 그 것이 되었다. 그 그 것이 되었다.				

# (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平7-25853

(43)公開日 平成7年(1995)1月27日

H-体士二. Mr. EC

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	FI					技術表示箇所
C 0 7 D 213/82								
A 0 1 N 43/40	101 D	9155-4H						
43/42	101	9155-4H						
43/58	Α	9155-4H						
43/60		9155-4H						
		審查請求	未請求	請求項	の数3	FD	(全 15 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号	特額平5-196888		(71)	出願人	00000	0354		
					石原面	<b>産業株式</b>	会社	
(22)出願日	平成5年(1993)7月14日				大阪府	<b>5大阪市</b>	<b>西区江戸堀</b> -	-丁目3番15号
			(72)	発明者	小柳	徹		
					滋賀県	草津市	西渋川二丁目	13番1号 石原
					産業核	<b>卡式会社</b>	:中央研究所内	3
			(72)	発明者	森田	雅之		
					滋賀県	中丰草	西渋川二丁目	13番1号 石原
					産業核	k式会社	:中央研究所内	3
			(72)	発明者	米田	哲大		
					滋賀県	草津市	i西渋川二丁E	13番1号 石原
					産業権	大会社	:中央研究所内	3
								最終頁に続く

(54)【発明の名称】 アミド系化合物又はその塩、それらの製造方法及びそれらを含有する有害動物防除剤

#### (57)【要約】

(修正有)

【構成】 一般式(I)で表わされる新規なアミド系化 合物又はその塩、それらの製造方法及びそれらを含有す る有害動物防除剤。

(式中、Aはアルカンジイル基、Xは置換可複素環基、 Rは水素原子又はアルキル基であり、但しRが水素原子 でかつAがメチレン基であるとき、Xが無置換ピリジ ル、同チエニル及び同フリルであるものを除く)で表さ れるアミド系化合物又はその塩である。

【効果】 一般式(1)の化合物は殺虫、殺ダニ、殺線 虫、殺土壌害虫剤などの有害動物防除剤の有効成分とし て優れた活性を示す。

我自然被助用的现代中国的一个公子的对象对象对象的表现形式 中心 いっている しゅうけん

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(I):

(化1)

$$\begin{array}{c}
C F_3 \\
O \\
\parallel \\
C N - A - X
\end{array}$$
(1)

(式中、Aはアルカンジイル基であり、Xは置換されてもよい複素環基であり、Rは水素原子又はアルキル基であり、但し、Rが水素原子でかつAがメチレン基であるとき、Xが無置換のピリジル、同チエニル及び同フリルであるものを除く)で表されるアミド系化合物又はその塩。

【請求項2】 4-トリフルオロメチルビリジン-3-カルボン酸又はその反応性誘導体と一般式(III): HN(R)-A-X (III)

(式中、Aはアルカンジイル基であり、Xは置換されてもよい複素環基であり、Rは水素原子又はアルキル基であり、但し、Rが水素原子でかつAがメチレン基であるとき、Xが無置換のピリジル、同チエニル及び同フリルであるものを除く)で表される化合物とを反応させることを特徴とする一般式(1)

[化2]

$$\begin{array}{c|c}
C F_3 & O \\
 & \parallel \\
 & \downarrow \\
 & R
\end{array}$$
(1)

(式中A、X、及びRは前述の通りである)で表される アミド系化合物又はその塩の製造方法。

【請求項3】 一般式(I):

[化3]

$$\begin{array}{c|c}
 & O \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\$$

(式中、Aはアルカンジイル基であり、Xは置換されてもよい複楽環基であり、Rは水楽原子又はアルキル基であり、但し、Rが水素原子でかつAがメチレン基であるとき、Xが無置換のピリジル、同チエニル及び同フリルであるものを除く)で表されるアミド系化合物又はその塩を有効成分として含有することを特徴とする有害動物防除剤。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、アミド系化合物又はその塩、それらの製造方法及びそれらを有効成分として含有する有害動物防除剤に関する。

[0002]

【従来の技術】有害動物防除剤の有効成分としては種々 の化合物が知られている。しかしながら、それらの化学 構造は本発明のアミド系化合物とは異なる。

【0003】従来、有害動物防除剤例えば殺虫剤の有効成分として有機リン系、カーバメート系及びピレスロイド系化合物が使用されてきたが、結果として、近年一部の害虫がこれら殺虫剤に抵抗性を獲得するに至った。それゆえ、抵抗性を持つ害虫に対して有効な有害動物防除剤が希求されている。さらに、害虫に対してより効果が高く、魚類、甲殻類及び家畜により安全な、或いはより広いスペクトラムを有する新たな有害動物防除剤の研究、開発が行われている。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、有害動物防除作用を有するアミド系化合物、それらの製造方法及びそれらを含有する有害動物防除剤を提供することにある。

[0005]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、有害生物 防除剤を開発すべく検討を重ね、特定の化学構造を有す るアミド系化合物が優れた有害動物防除作用を持つとの 知見を得、本発明を完成した。

【0006】すなわち、本発明は、一般式 (I): 【0007】

[化4]

30

$$\begin{array}{c}
C F_3 \\
O \\
C N - A - X
\end{array}$$
(1)

【0008】(式中、Aはアルカンジイル基であり、Xは関換されてもよい複素環基であり、Rは水素原子又はアルキル基であり、但し、Rが水素原子でかつAがメチレン基であるとき、Xが無関換のピリジル、同チエニルの及び同フリルであるものを除く)で表されるアミド系化合物又はその塩、それらの製造方法及びそれらを含有する有害動物防除剤に関する。

【0009】一般式(1)中、Aのアルカンジイル基は 炭素数  $1\sim6$  のもの、例えばメチレン基、エチレン基、 プロピレン基、1、1- エタンジイル基、1, 1- プロ パンジイル基、1, 2- プロパンジイル基、2, 2- プロパンジイル基などがあげられる。

【0010】一般式(I)中、Xの複素環基は窒素原子、酸素原子及び硫黄原子から選ばれた1~3つのヘテの口原子を含む5員又は6員の単環式又はフェニル縮合環

式基であり、例えば、ピリジル基、チエニル基、フリル 基、ピラジニル基、3 - ピリダジノニル基、チアゾリル 基、イソキサゾリル基、キノリル基などがあげられる。

【0011】一般式(I)中、Xの複素環の置換基としては、ハロゲン原子、C1-6 アルキル、ハロC1-6 アルキル、C1-6 アルキル、C1-6 アルキルチオ、C3-8 シクロアルキル、C3-8 シクロアルコキシ、C1-6 アルキルカルボニル、C1-6 アルキルカルボニル、C1-6 アルキルカルボニル、C1-6 アルキルカルボニルオキシ、フェニルチオ、アミノ、C1-6 アルキルが1ケ乃至2ケ置換したアミノ、シアノ、ニトロ、ヒドロキシがあげられる。

[0012] 一般式 (I) 中、Rのアルキル基は炭素数 1~6のもの、例えばメチル基、エチル基、プロピル \*

\*基、プチル基、ペンチル基、ヘキシル基があげられ、炭 素数が3以上のものは直鎖又は枝分かれ鎖の構造異性の ものであってもよい。

【0013】一般式(I)の化合物は、酸性物質又は塩基性物質とともに塩を形成してもよく、酸性物質との塩としては塩酸塩、臭化水素酸塩、リン酸塩、硫酸塩、硝酸塩などの無機酸塩であってよく、塩基性物質との塩としてはナトリウム塩、カリウム塩、カルシウム塩、アンモニウム塩、ジメチルアミン塩などの無機或いは有機塩10基塩であってよい。

【0014】一般式(I)の化合物又はその塩は、例えば以下の(A)の方法により製造することができる。

【0015】 【化5】

(A) 
$$CF_3$$
 O  $R$ 
(II) (III)

又はその反応性誘導体

$$\begin{array}{c}
C F_3 \\
O \\
C N - A - X
\end{array}$$
(1)

【0016】 (式中、A、X及びRは前述の通りである)

【0017】式(II)で表される4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸の反応性誘導体としては、酸ハロゲン化物、エステル又は酸無水物であってよい。

【0018】上記反応は、通常溶媒の存在下、必要により塩基の存在下で行われる。溶媒としては、例えばベンゼン、トルエンなどの芳香族炭化水素;ジエチルエーテル、テトラヒドロフランなどのエーテル;塩化メチレン、クロロホルムなどのハロゲン化炭素化水素;アセトニトリル、ジメチルホルムアミド、ピリジンなどの非プロトン性極性溶媒などが含まれる。これらの溶媒は、単独で或は混合して使用してもよい。塩基としては、例えばトリメチルアミン、トリエチルアミン、ピリジンなどの第三級アミン;水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどのアルカリ金属炭酸化物;ナトリウムメトキシウムなどのアルカリ金属炭酸化物;ナトリウムメトキシ

ド、ナトリウムエトキシドなどのアルカリ金属のアルコキシドなどが含まれる。反応物質が4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸の場合には、ジシクロヘキシルカルボジイミド、N、N'-カルボニルジイミダゾール、1-エチル-3-(3-ジメチルアミノプロピル)カルボジイミドなどの縮合剤が通常使用される。

【0019】上記反応の反応温度は通常-50℃-+100℃であるが、反応性誘導体が酸ハロゲン化物又は酸 無水物の場合には好ましくは0-30℃であり、また反 応性誘導体がエステルの場合には好ましくは50-100℃である。反応時間は通常0.1-24時間である。

【0020】また、一般式(I)の化合物又はその塩は、例えば以下の(B)  $\sim$  (D)の方法により製造されてもよい。

[0021]

特開平7-25853

(B)

5

$$\begin{array}{c|cccc}
C F_3 & O & & \\
& \parallel & & \\
\hline
C N H_2 & + & Ha \ell - A - X \\
\hline
(IV) & (V)
\end{array}$$

(D)
$$\begin{array}{c}
CF_3 \\
O\\
N-
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
CNH + Ha\ell - A - X \longrightarrow (1-2)\\
R
\end{array}$$
(VII) (V)

【0022】 (式中、A及びXは前述の通りであり、H alはハロゲン原子であり、R'はアルキル基であ る)。

[0023] 上記(B)~(D)の反応は、前述した(A)の反応と同様にして行うことができる。

【0024】式 (II) の化合物、即ち4-トリフルオロメチル-3-ピリジンカルボン酸は公知の化合物であり、商業的に入手することができる。また、その反応性誘導体は、式 (II) の化合物から取得することができる。

【0025】酸クロリドの合成は4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸と塩化チオニル、三塩化リンなどの塩素化剤とを、必要により触媒量のN、N・-ジメチルホルムアミドの存在下に、環流温度で反応させることにより行われる。

【0026】 4ートリフルオロメチルー3ーピリジンカ

ルボニルクロリド以外の式(II)の反応性誘導体は、安息香酸からその反応性誘導体への公知の方法と同様の方法によって、取得することができる。例えば、酸臭化物は4ートリフルオロメチルー3ーピリジンカルボン酸と三臭化リン、オキシ臭化リン、臭化アセチルなどの臭素化剤と反応させることにより取得することができ、酸無40 水物は4ートリフルオロメチルー3ーピリジンカルボン酸とその塩化物又は乾燥剤とを反応させることにより取得することができ、そしてエステルは4ートリフルオロメチルー3ーピリジンカルボン酸とアルコールとを反応させることにより取得することができる。

【0027】また、4-トリフルオロメチル-3-ピリジンカルボン酸は、例えば以下の(E)の方法によっても取得することができる。

[0028]

【化7】

(E)

### (工程1)

$$\begin{array}{c|c} CF_3 \\ \downarrow \\ C\ell \end{array} + LiN \begin{pmatrix} R_1 \\ R_2 \end{pmatrix} + CO_2 \xrightarrow{ \begin{subarray}{c} CF_3 \\ \hline \hline R_2 \\ \hline \end{array} & \begin{array}{c} CF_3 \\ \hline \hline C\ell \\ \hline \end{array} & \begin{array}{c} CF_3 \\ \hline C\ell \\ \hline \end{array} & \begin{array}{c} CC\ell \\ \hline \end{array} & \begin{array}{c} CF_3 \\ \hline \end{array} & \begin{array}{c} CO_2H \\ \hline \end{array} \\ C\ell \end{array}$$

### (工程2)

### (工程3)

### (工程4)

### (工程5)

【0029】(工程1)工程1は、2,6-ジクロロー 1-トリフルオロメチルピリジンをリチウムジアルキル アミド(好ましくは、リチウムジイソプロピルアミド) 及び溶媒の存在下で、気体或いは固体状の二酸化炭素と 反応させることにより行われる。

【0030】溶媒としてはテトラヒドロフラン、ジエチルエーテルのようなエーテル類が用いられる。反応温度は通常-100 $\sim+20$  $\sim$ 、好ましくは-80 $\sim-20$  $\sim$ であり、反応時間は $1\sim12$ 時間である。

【0031】(工程2)工程2は、工程1で生成した 50 6-ジクロルー4ートリフルオロメチルーピリジンー3

2, 6-ジクロロ-4-トリフルオロメチルーピリジン-3-カルボン酸を溶媒の存在下で塩素化剤と反応させることにより行われる。

【0032】塩素化剤としては塩化チオニル、五塩化リンが用いられ、溶媒としてはベンゼン、トルエンなどの芳香族炭化水素類が用いられる。反応温度は通常 $20\sim120$ ℃、好ましくは $50\sim100$ ℃であり、反応時間は $1\sim6$ 時間である。

【0033】(工程3)工程3は工程2で生成した2、6-ジクロル-4-トリフルオロメチルーピリジン-3

- カルポン酸塩化物を塩基の存在下でアルコールと反応させることにより行われる。

【0034】アルコールとしてはメタノール、エタノールなどのアルコール類が用いられ、塩基としてはトリエチルアミン、ピリジンなどの三級塩基が用いられる。反応温度は通常 $0\sim80$ ℃、好ましくは $20\sim50$ ℃であり、反応時間は $1\sim12$ 時間である。

【0035】(工程4)工程4は工程3で生成した2,6-ジクロル-4-トリフルオロメチル-ピリジン-3-カルポン酸エステルと水素とを、溶媒、触媒及び塩基の存在下に反応させることにより行われる。

【0036】溶媒としてはメタノール、エタノールなどのアルコール類、テトラヒドロフランのようなエーテル類が用いられ、触媒としてはパラジウム、塩化パラジウム(II)などが用いられ、塩基としてはトリエチルアミン、ピリジンなどの三級塩基、酢酸ナトリウムなどが用いられる。反応温度は通常0~100℃、好ましくは20~50℃であり、反応時間は1~24時間である。

【0037】 (工程5) 工程5は工程4で生成した4-\* (F) \*トリフルオロメチルピリジン-3-カルボン酸エステル を塩基及び溶媒の存在下に反応させることによって行わ れる。

10

【0038】溶媒としては水:メタノール、エタノールなどのアルコール類が挙げられ、単独で又は混合して用いられる。塩基としては水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどのアルカリ金属水酸化物が用いられる。反応温度は通常0~100℃、好ましくは20~80℃であり、反応時間は1~12時間である。

【0039】式(IV)の化合物、即ち4-トリフルオロメチルピリジン-3-カルポキサミドは、前記(A)の方法において式(III)の化合物の替りにアンモニアを反応させることにより取得することができる。また、2,6-ジクロロ-3-シアノ-4-トリフルオロメチルピリジンから次の(F)の方法によっても取得することができる。

[0040]

【化8】

(工程1)

(工程2)

$$\begin{array}{c|c}
CF_3 & \\
CNH_2 & \\
R & \\
C\ell & C\ell
\end{array}$$

R & R & CNH\_2 &

【0041】(工程1)工程1は、2,6-ジクロロー3-シアノー4-トリフルオロメチルピリジンを濃硫酸と反応させることにより行われる。

【0042】(工程2)工程2は、前配工程1で得られる2、6-ジクロロー4-トリフルオロメチルー3ーピリジンカルボキサミドと水素とを溶媒、触媒及び塩基の存在下に反応させることにより行われている。溶媒としては例えばメタノール、エタノールなどのアルコール類、テトラヒドロフランのようなエーテル類が使用され、触媒としては例えばパラジウム、塩化パラジウム(11)などが使用され、塩基としては例えば酢酸ナトリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、トエチルア50

ミンなどが使用される。

【0043】工程2の反応の温度は通常0℃~100 ℃、反応時間は1~24時間である。

【0044】また、前記工程1において、2,6-ジクロロ-3-シアノ-4-トリフルオロメチルピリジンの替りに2,6-ジプロモ-3-シアノ-4-トリフルオロメチルピリジンを用いても同様の反応を行うことができる。この2,6-ジプロモ-3-シアノ-4-トリフルオロメチルピリジンは、3-シアノ-2,6-ジヒドロキシ-4-トリフルオロメチルピリジンを、オキシ臭化リンのような臭素化剤と反応させることにより得られる。

<del>-516-</del>

【0045】式 (VII)の化合物は、前記 (A) の方法に おいて式 (III)の化合物の替りにR'NHz を反応させ ることにより取得することができる。また、前記(B) の反応において式(V)の化合物の替りに式(VI)の化 合物を反応させることにより取得することができる。

【0046】本発明化合物は殺虫、殺ダニ、殺線虫、殺 土壌害虫剤などの有害動物防除剤の有効成分として優れ た活性を示す。

【0047】例えば、ナミハダニ、ニセナミハダニ、ミ カンハダニ、ネダニなどの植物寄生性ダニ類、モモアカ アプラムシ、ワタアブラムシなどのアブラムシ類、コナ ガ、ヨトウムシ、ハスモンヨトウ、コドリンガ、ボール ワーム、タバコバッドワーム、マイマイガ、コロラドハ ムシ、ウリハムシ、ボールウィービル、ウンカ類、ヨコ パイ類、カイガラムシ類、カメムシ類、コナジラミ類、 アザミウマ類、バッタ類、ハナバエ類、コガネムシ類、 タマナヤガ、カブラヤガ、アリ類などの農業害虫類、イ エダニ、ゴキブリ類、イエバエ、アカイエカなどの衛生 害虫類、バクガ、アズキゾウムシ、コクヌストモドキ、 ゴミムシダマシ類などの貯殺害虫類、イガ、ヒメカツオ ブシムシ、シロアリ類などの衣類、家屋害虫類、その他 家畜などに寄生するノミ類、シラミ類、ハエ類などに対 しても有効であり、更にはネコブセンチュウ類、シスト センチュウ類、ネグサレセンチュウ類、イネシンガレセ ンチュウ、イチゴメセンチュウ、マツノザイセンチュウ などの植物寄生性線虫類に対しても有効である。また、 土壌害虫類に対しても有効である。ここに言う土壌害虫 としては、ナメクジ、マイマイなどの腹足類、ダンゴム シ、ワラジムシなどの等脚類などがあげられる。なかで も、本発明化合物はモモアカアプラムシ、ワタアプラム 30 シなどのアプラムシ類に卓越した効果を示す。更にアプ ラムシ類などの有機リン剤、カーバメート剤、合成ピレ スロイド剤抵抗性害虫に対しても有効である。さらに本 発明化合物は、優れた浸透移行性を有していることか ら、本発明化合物を土壌に処理することによって土壌有 害昆虫類、ダニ類、線虫類、腹脚類、等脚類の防除と同 時に茎葉部の害虫類をも防除することができる。

【0048】本発明化合物を有害動物防除剤の有効成分 として使用するに際しては、従来の農薬の製剤の場合と 同様に農薬補助剤と共に乳剤、懸濁剤、粉剤、粒剤、水 和剤、水溶剤、液剤、フロアブル剤、顆粒水和剤、エア ゾール剤、ペースト剤、微量散布剤などの種々の形態に 製剤することができる。これらの配合割合は通常有効成 分0.1~90重量部で農薬補助剤10~99.9重量 部である。これらの製剤の実際の使用に際しては、その まま使用するか、または水等の希釈剤で所定濃度に希釈 して使用することができる。

【0049】ここにいう農薬補助剤としては、担体、乳 化剂、懸濁剂、分散剂、展着剂、浸透剂、湿潤剂、增粘 剤、安定剤などが挙げられ、必要により適宜添加すれば 50 2-メチル-2-(メチルチオ)プロピオンアルデヒド

よい。担体としては、固体担体と液体担体に分けられ、 固体担体としては、澱粉、活性炭、大豆粉、小麦粉、木 粉、魚粉、粉乳などの動植物性粉末、タルク、カオリ ン、ペントナイト、炭酸カルシウム、ゼオライト、珪藻 土、ホワイトカーボン、クレー、アルミナなどの鉱物性 粉末が挙げられ、液体担体としては、水、イソプロピル アルコール、エチレングリコールなどのアルコール類、 シクロヘキサノン、メチルエチルケトンなどのケトン 類、ジオキサン、テトラヒドロフランなどのエーテル 類、ケロシン、軽油などの脂肪族炭化水素類、キシレ ン、トリメチルペンゼン、テトラメチルペンゼン、メチ ルナフタリン、ソルベントナフサなどの芳香族炭化水素 類、クロロベンゼンなどのハロゲン化炭化水素類、ジメ チルアセトアミドなどの酸アミド類、脂肪酸のグリセリ ンエステルなどのエステル類、アセトニトリルなどのニ トリル類、ジメチルスルホキシドなどの含硫化合物類な どが挙げられる。

12

【0050】また、必要に応じて他の農薬、例えば、殺 虫剤、殺ダニ剤、殺線虫剤、殺菌剤、抗ウイルス剤、誘 引剤、除草剤、植物生長調整剤などと混用、併用するこ とができ、この場合に一層優れた効果を示すこともあ る。

【0051】上記殺虫剤、殺ダニ剤、或いは殺線虫剤の 有効成分化合物としては、例えば〇一(4-プロモー2 -クロロフェニル) O-エチルS-プロピルホスホロチ オエート (一般名:プロフェノホス)、〇一(2,2-ジクロロビニル) O, O-ジメチルホスフェート (ー 般名:ジクロルボス)、O-エチル O-〔3-メチル - 4 - (メチルチオ)フェニル) N-イソプロピルホ スホロアミデート (一般名:フェナミホス)、〇,〇-ジメチル 〇一 (4-ニトローm-トリル) ホスホロチ オエート (一般名:フェニトロチオン)、〇-エチル 〇- (4-ニトロフェニル) フェニルホスホノチオエー ト (一般名: EPN)、O, O-ジエチル O-(2-イソプロピルー6-メチルピリミジン-4-イル)ホス ホロチオエート (一般名:ダイアジノン)、O, O-ジ メチル 〇一(3,5,6-トリクロロー2ーピリジ ル) ホスホロチオエート (一般名: クロルピリホスメチ ル)、O、S - ジメチル N-アセチルホスホロアミド チオエート (一般名:アセフェート)、〇-(2,4-ジクロロフェニル) O-エチル S-プロピルホスホ ロジチオエート (一般名:プロチオホス)、(RS)-チアゾリジン-3-イルホスホノチオエート(米国特許 No. 4590182に記載の化合物) などの有機リン 酸エステル系化合物;

【0052】1ーナフチル N-メチルカーパメート (一般名:カルバリル)、2-イソプロポキシフェニル N-メチルカーパメート(一般名:プロポキスル)、

〇-メチルカルパモイルオキシム (一般名:アルジカ ルプ)、2、3-ジヒドロ-2、2-ジメチルペンゾフ ラン-7-イル N-メチルカーパメート (一般名:カ ルポフラン)、ジメチルN、N´-〔チオピス { (メチ ルイミノ) カルポニルオキシ) ] ピスエタンイミドチオ エート (一般名:チオジカルブ)、S-メチル N-(メチルカルバモイルオキシ) チオアセトイミデート (一般名:メソミル)、N, N-ジメチル-2-メチル カルバモイルオキシイミノ-2-(メチルチオ)アセト ル) フェニル N-メチルカーパメート (一般名: エチ オフェンカルプ)、2-ジメチルアミノ-5,6-ジメ チルピリミジン-4-イル N, N-ジメチルカーパメ ート (一般名:ピリミカーブ)、2-sec-ブチルフ ェニル N-メチルカーパメート (一般名:フェノプカ ルブ) などのカーバメート系化合物;

ンピス (チオカーバメート) (一般名:カルタップ)、 N, N-ジメチル-1, 2, 3-トリチアン-5-イル アミン (一般名:チオシクラム) などのネライストキシ 20 ン誘導体:

【0054】2,2,2-トリクロロー1,1-ビス (4-クロロフェニル) エタノール (一般名;ジコホ ル)、4-クロロフェニル-2,4,5-トリクロロフ ェニルスルホン (一般名:テトラジホン) などの有機塩 素系化合物;

【0055】ピス〔トリス(2-メチル-2-フェニル プロピル) チン〕オキシド (一般名:酸化フェンブタス ズ) のような有機金属系化合物:

[0056] (RS)  $-\alpha - \nu r / -3 - 7 \pi / 4 \nu \alpha$  30 ンジル (RS) -2- (4-クロロフェニル) -3-メ チルプチレート(一般名:ファンパレレート)、3-フ ェノキシベンジル (1 RS) ーシス, トランスー3ー (2, 2-ジクロロピニル)-2, 2-ジメチルシクロ プロパンカルボキシレート (一般名:ペルメトリン)、 S) -シス, トランス-3-(2, 2-ジクロロビニ ル) -2, 2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレー ト (一般名:シペルメトリン)、(S) - α-シアノー 3-フェノキシペンジル(1R)-シス-3-(2,2 40 ロ-2-アリルチオエチリデン)イミダソリジン(ヨー -ジプロモピニル)-2,2-ジメチルシクロプロパン カルポキシレート (一般名: テルタメトリン)、(R S)  $-\alpha - \nu r / - 3 - 7 \pm / 4 \nu \sim 0.00$  (1RS) ーシス, トランスー3ー(2-クロロー3, 3, 3-ト リフルオロプロペニル)-2,2-ジメチルシクロプロ パンカルポキシレート(一般名:シハロトリン)、4-メチルー2, 3, 5, 6ーテトラフルオロベンジルー3 - (2-クロロ-3, 3, 3-トリフルオロ-1-プロ ペニル) - 2, 2 - ジメチルシクロプロパンカルボキシ

"フェニル)~2-メチルプロピル 3-フェノキシベン ジルエーテル(一般名:エトフェンプロックス)などの ピレスロイド系化合物:

14

[0057]1-(4-2)6-ジフルオロベンゾイル) ウレア (一般名:ジフルベ ンズロン)、1-〔3、5-ジクロロ-4-(3-クロ ロー5-トリフルオロメチル-2-ピリジルオキシ)フ ェニル] -3-(2,6-ジフルオロベンゾイル)ウレ ア(一般名:クロルフルアズロン)、1-(3,5-ジ アミド (一般名:オキサミル)、2- (エチルチオメチ 10 クロロ-2,4-ジフルオロフェニル)-3-(2,6 **- ジフルオロベンゾイル) ウレア (一般名: テフルベン** ズロン) などのベンゾイルウレア系化合物:

> 【0058】 イソプロピル (2E, 4E) -11-メ トキシー3, 7, 11ートリメチルー2, 4ードテカジ エノエート (一般名:メトプレン) のような幼若ホルモ ン様化合物:

> 【0059】2-t-プチル-5-(4-t-プチルベ ンジルチオ) - 4 - クロロ- 3 (2 H) - ピリダジノン (一般名:ピリダペン) のようなピリダジノン系化合 物:

【0060】 tープチル 4-〔(1,3-ジメチルー 5-フェノキシピラゾール-4-イル) メチレンアミノ オキシメチル〕ベンゾエート (一般名:フェンピロキシ メート)、 $5-アミノ-1-(2, 6-ジクロロ-\alpha,$  $\alpha$ ,  $\alpha$  -  $\gamma$  - オロメチルスルフィニルピラゾール-3-カルポニトリ ル (一般名; フィプロニル)、N-(4-t-ブチルベ・------ンジル) -4-クロロ-3-エチル-1-メチルピラゾ ール-5-カルポキサミド(一般名:テプフェンピラ ド)などのピラゾール系化合物:

【0061】1-(6-クロロ-3-ピリジルメチル) - N - ニトローイミダゾリジン - 2 - イリデンアミン (一般名:イミダクロプリド)、1- (N-(6-クロ ロー3-ピリジルメチル)-N-エチルアミノ]-1-メチルアミノ-2-二トロエチレン(一般名:ニテンピ ラム)、N¹ - ((6-クロロ-3-ピリジル)メチ ル〕-N2 -シアノN1 -メチルアセトアミジン(ヨー ロッパ公開NO. 456826に記載の化合物) 1-(6-クロロ-3-ピリジルメチル) -2-(1-ニト ロッパ公開NO. 437784)、1-(6-クロロー 3-ビリジルメチル)-2-(1-ニトロ-2-エチル チオエチリデン)イミダゾリジン(ヨーロッパ公開N O. 437784)、1-(6-クロロ-3-ピリジル メチル) -2- (1-ニトロ-2-β-メチルアリルチ オエチリデン) イミダゾリジン (ヨーロッパ公開NO. 437784) などのニトロ系化合物;

 $[0062]N'-t-\vec{7}FN-N'-3, 5-\vec{9}JF$ ルペンゾイルードーペンゾ (b) チオフェンー2ーカル レート (一般名:テフルトリン)、2-(4-エトキシ 50 ポヒドラジド、N'-t-ブチル-N'-3, 5-ジメ

チルベンゾイルーN-4, 5, 6, 7-テトラヒドロベンゾ (b) チオフェン-2-カルボヒドラジド、<math>N'-t-7チルーN'-3, 5-ジメチルベンゾイルー<math>N-5, 6-ジヒドロ-4H-シクロベンタ (b) チオフェ・ン-2-カルボヒドラジド、<math>N'-t-7チルーN'-3', 5'-5ジメチルベンゾイル-N-4-1チルフェニルカルボヒドラジド (一般名: デブフェノジド) などのヒドラジン系化合物:

【0063】ジニトロ系化合物、有機硫黄化合物、尿素 系化合物、トリアジン系化合物、ヒドラゾン系化合物ま 10 た、その他の化合物として、2-t-ブチルイミノ-3 ーイソプロピルー5ーフェニルー3,4,5,6ーテト ラヒドロー2H-1,3,5-チアジアジン-4-オン (一般名:ブプロフェジン)、トランス-(4-クロロ フェニル) - N - シクロヘキシル - 4 - メチル - 2 - オ キソチアゾリジノン-3-カルポキサミド(一般名:へ キシチアゾクス)、N-メチルビス(2, 4-キシリル イミノメチル) アミン (一般名:アミトラズ)、N'-(4-クロロ-0-トリル)-N, N-ジメチルホルム アミジン(一般名:クロルジメホルム)、(4-エトキ 20 シフェニル) - (3-(4-フルオロ-3-フェノキシ フェニル)プロピル〕 (ジメチル) シラン (一般名:シ ラフルオフェン)、エチル (3-t-ブチル-1-ジ メチルカルバモイルー1H-1, 2, 4-トリアゾール - 5 - イルチオ) アセテート (一般名: トリアザメイ ト)、4、5-ジヒドロ-6-メチル-4-(3-ピリ ジルメチレンアミノ) -1,2,4-トリアジン-3 (2H) -オン(一般名:ピメトロジン)、5-クロロ -N-(2-(4-(2-x)++)x+)-2, 3-ジメチルフェノキシ〕エチル〕 - 6 - エチルピリミジン 30 - 4-アミン(一般名:ピリミジフェン)、4-プロモ -2-(4-クロロフェニル)-1-エトキシメチルー 5-トリフルオロメチルピロール-3-カルボニトリル (特開平1-104042号公報に記載の化合物) など の化合物が挙げられる。更に、BT剤、昆虫病原ウイル ス剤などの微生物農薬、アベルメクチン、ミルベマイン シなどの抗生物質などと、混用、併用することもでき る。

【0064】上記殺歯剤の有効成分化合物としては、例えば、2-アニリノ-4-メチル-6-(1-プロピニ 40ル) ピリミジン(日本特開昭63-208581に記載の化合物)のようなピリミジナミン系化合物:

【0065】 1-(4-クロロフェノキシ)-3,3-ジメチルー1-(1H-1,2,4-トリアゾールー1-1H-1,2) (ピフェニルー4-1ルオキシ) -3,3-1ジメチルー 1-(1H,1,2,4-トリアゾールー1-1 (1H,1,2,4-トリアゾールー1-1 ) プタン-2-1オール (1H,1,2,4-1) (1H,1,

16

(一般名:トリフルミゾール)、1-[2-(2,4-ジクロロフェニル) -4-エチル-1, 3-ジオキソラ ン-2-イルメチル〕-1H-1,2,4-トリアゾー ル (一般名:エタコナゾール)、1-〔2-(2,4-ジクロロフェニル) -4-プロピル-1, 3-ジオキソ ラン-2-イルメチル)-1H-1, 2, 4-トリアゾ ール (一般名: プロピコナゾール) 、1-〔2-(2, 4-ジクロロフェニル)ペンチル〕−1H−1, 2, 4 トリアゾール(一般名:ペンコナゾール)、ビス(4 -フルオロフェニル) (メチル) (1H-1, 2, 4-トリアゾール-1-イルメチル) シラン (一般名:フル シラゾール)、2-(4-クロロフェニル)-2-(1 H-1, 2, 4-トリアゾール-1-イルメチル) ヘキ サンニトリル (一般名:マイクロブタニル)、(2 R S, 3RS) -2- (4-クロロフェニル) -3-シク ロプロピルー1-(1H-1, 2, 4-トリアゾールー 1-イル) プタン-2-オール (一般名:シプロコナゾ ール)、(RS)-1-(4-クロロフェニル)-4. **4 - ジメチル - 3 - (1 H - 1**, 2, 4 - トリアゾール -1-イルメチル)ペンタン-3-オール(一般名:タ ープコナゾール)、(RS) -2-(2,4-ジクロロ フェニル) -1- (1H-1, 2, 4-トリアゾールー 1-イル) ヘキサン-2-オール (一般名:ヘキサコナ ゾール)、(2RS, 5RS) - 5 - (2, 4 - ジクロ ロフェニル) テトラヒドロー5- (1H-1, 2, 4-トリアゾール-1 - イルメチル) -2 - フリル 2, 2, 2-トリフルオロエチルエーテル(一般名:ファーコナ ゾールシス)、N-プロピル-N-(2-(2, 4, 6 **ートリクロロフェノキシ)エチル〕イミダゾールー1-**カルボキサミド (一般名:プロクロラズ) などのアゾー ル系化合物:

【0066】6-メチル-1、3-ジチオロ〔4、5- · · · b〕 キノキサリン-2-オン(一般名: キノメチオネート)のようなキノキサリン系化合物;

【0067】マンガニーズエチレンビス(ジチオカーバメート)の重合物(一般名:マンネブ)、ジンクエチレンビス(ジチオカーパメート)の重合物(一般名:ジネブ)、ジンク(亜鉛)とマンガニーズエチレンビス(ジチオカーパメート)(マンネブ)の錯化合物(一般名:マンゼブ)、ジジンクビス(ジメチルジチオカーバメート)エチレンビス(ジチオカーパメート)(一般名:ポリカーパメート)、ジンクプロビレンビス(ジチオカーパメート)の重合物(一般名:プロピネブ)などのジチオカーパメート系化合物;

【0068】4,5,6,7-テトラクロロフタリド (一般名:フサライド)、テトラクロロイソフタロニト リル(一般名:クロロタロニル)、ペンタクロロニトロ ペンゼン(一般名:キントゼン)などの有機塩素系化合

) 【0069】メチル 1-(プチルカルバモイル) ベン

ズイミダゾール-2-イルカーパメート(一般名:ベノ ミル)、ジメチル4、4´-(o-フェニレン) ビス (3-チオアロファネート) (一般名:チオファネート メチル)、メチルベンズイミダゾール-2-イルカーバ メート (一般名:カーペンダジム) などのベンズイミダ ゾール系化合物;

[0070]3-0DD-N-(3-0DD-2,6-ジニトロー $1-\alpha$ ,  $\alpha$ ,  $\alpha$ -トリフルオロトリル) -5 - トリフルオロメチル-2-ピリジナミン(一般名:フ ルアジナム)のようなピリジナミン系化合物;

【0071】1-(2-シアノ-2-メトキシイミノア セチル)-3-エチル尿素(一般名;シモキサニル)の ようなシアノアセトアミド系化合物;

【0072】メチル N-(2-メトキシアセチル)-N-(2,6-キシリル)-DL-アラニネート(一般 名:メタラキシル)、2-メトキシ-N-(2-オキソ -1, 3-オキサゾリジン-3-イル)アセト-2', 6′-キシリジド(一般名:オキサジキシル)、(±)  $-\alpha-2-$ クロロ-N-(2,6-キシリルアセトアミ ド)  $-\gamma$ -ブチロラクトン (一般名:オフレース)、メ 20 に記載の化合物) などのベンズアミド系化合物; チル N-フェニルアセチル-N-(2,6-キシリ ル) - D L - アラニネート (一般名: ベナラキシル)、 メチル N-(2-フロイル)-N-(2,6-キシリ ル) - D L - アラニネート (一般名: フララキシル)、 (±) -α-(N-(3-ρ□□フェニル) シクロプロパンカルボキサミド〕- ァープチロラクトン(一般名:

N' -ジメチル-N-フェニルスルファミド(一般名: ジクロフルアニド)のようなスルフェン酸系化合物; 【0074】水酸化第二銅(一般名:水酸化第二銅)、

シプロフラン) などのフェニルアミド系化合物;

カッパー 8-キノリノレート (一般名:有機鋼) など の銅系化合物;

【0075】5-メチルイソキサゾール-3-オール (一般名:ヒドロキシイソキサゾール) のようなイソキ サゾール系化合物;

【0076】アルミニウムトリス(エチルホスホネー ト) (一般名:ホセチルアルミニウム)、〇-2,6-ジクロロー p ートリルーO, O ージメチルホスホロチオ エート (一般名:トルクロホスーメチル)、S-ペンジ 40 ル O, O-ジイソプロピルホスホロチオエート、O-エチル S, Sージフェニルホスホロジチオエート、ア ルミニウムエチルハイドロゲンホスホネートなどの有機 リン系化合物;

【0077】N-(トリクロロメチルチオ)シクロヘキ シー4-エン-1, 2-ジカルボキシミド (一般名:キ ャプタン)、N-(1,1,2,2-テトラクロロエチ ルチオ) シクロヘキシー4-エン-1, 2-ジカルポキ シミド (一般名:キャプタホル)、N- (トリクロロメ チルチオ) フタルイミド (一般名:フォルペット) など 50 ル) -3-(3,4-ジメトキシフェニル) アクリロイ

18

のN-ハロゲノチオアルキル系化合物;

【0078】N-(3,5-ジクロロフェニル)-1, 2-ジメチルシクロプロパン-1,2-ジカルポキシミ ド (一般名:プロシミドン)、3-(3,5-ジクロロ フェニル) - N - イソプロピル - 2, 4 - ジオキソイミ ダゾリジン-1-カルボキサミド(一般名:イプロジオ ン)、(RS) -3-(3,5-ジクロロフェニル)-5-メチル-5-ピニル-1, 3-オキサゾリジン-2、4-ジオン(一般名: ピンクロゾリン) などのジカ 10 ルポキシイミド系化合物;

 $[0079]\alpha, \alpha, \alpha-h$ ロポキシーロートルアニリド (一般名:フルトラニ ル)、3′-イソプロポキシ-0-トルアニリド(一般・ 名:メプロニル)などのペンズアニリド系化合物; ~ 【0080】2-(1,3-ジメチルピラゾール-4-イルカルポニルアミノ) -4-メチル-3-ペンテンニ トリル (英国特許NO. 2190375に記載の化合 **物)、α- (ニコチニルアミノ) - (3-フルオロフェ** ニル)アセトニトリル(日本特開昭63-135364

【0081】N, N'- [ピペラジン-1, 4-ジイル ピス〔(トリクロロメチル)メチレン〕〕ジホルムアミ ド(一般名:トリホリン)のようなピペラジン系化合 物:

【0082】2′、4′-ジクロロ-2-(3-ピリジ ル) アセトフェノン 〇-メチルオキシム (一般名:ピ リフェノックス)のようなピリジン系化合物;

[0083] (±) -2, 4' -ジクロロー $\alpha$ - (ピリ ミジン-5-イル)ベンズヒドリルアルコール(一般 30 名:フェナリモル)、(±)-2,4<sup>'</sup>-ジフルオロー  $\alpha - (1H - 1, 2, 4 - h) r y - h - 1 - 4 h x + 1$ ル) ベンズヒドリルアルコール (一般名:フルトリアフ ォル)などのカルビノール系化合物:

[0084] (RS) -1-[3-(4-ターシャリー プチルフェニル)-2-メチルプロピル〕ピペリジン (一般名:フェンプロピディン) のようなピペリジン系 化合物:

【0085】(±)-シス-4-[3-(4-ターシャ リープチルフェニル) -2-メチルプロピル] -2,6 - ラジメチルモルフォリン(一般名:フェンプロピモル フ) のようなモルフォリン系化合物:

【0086】トリフェニルチンヒドロキシド(一般名: フェンチンヒドロキシド)、トリフェニルチンアセテー ト (一般名:フェンチンアセテート) などの有機スズ系 化合物;

【0087】1-(4-クロロベンジル)-1-シクロ ペンチルー3-フェニルウレア(一般名:ペンシキュロ ン) のような尿素系化合物;

【0088】(E, Z) 1-[3-(1-クロロフェニ

-520-

19

ル] モルフォリン (一般名:ジメトモルフ) のようなシンナミック酸系化合物:

【0089】イソプロピル 3,4-ジエトキシカルバニレート(一般名:ジエトフェンカルブ)のようなフェニルカーパメート系化合物;

【0090】3-シアノ-4-(2,2-ジフルオロー1,3-ベンゾジオキソール-4-イル)ピロール(商品名:サファイヤ)、3-(2´,3´-ジクロロフェニル)-4-シアノーピロール(一般名:フェンピクロニル)などのシアノピロール系化合物;

【0091】3-クロロ-N-(3-クロロ-2、6-ジニトロ $-4-\alpha$ 、 $\alpha$ 、 $\alpha-$ トリフルオロトリル)-5-トリフルオロメチル-2-ピリジナミン(一般名:フルアジナム)のようなピリジナミン系化合物;

【0092】アトラキノン系化合物;クロトン酸系化合物;抗生物質またその他の化合物として、ジイソプロピル1,3-ジチオラン-2-イリデンーマロネート(一般名:イソプロチオラン)、5-メチル-1,2,4-トリアゾロ[3,4-b]ベンチアゾール(一般名:トリシクラゾール)、1,2,5,6-テトラヒドロピロ20ロ(3,2,1-ij)キノリン-4-オン(一般名:ピロキロン)、6-(3,5-ジクロロ-4-メチルフェニル)-3(2H)-ピリダジノン(一般名:ジクロメジン)、3-アリルオキシー1,2-ベンゾイソチアゾール-1,1-ジオキシド(一般名:プロペナゾール)などが挙げられる。

【0093】また、本発明化合物と混用、併用する相手 剤との適当な混合重量比は一般に1:300~300: 1、望ましくは1:100~100:1である。

【0094】本発明の有害動物防除剤の施用は、一般に 300.1~500000ppm望ましくは1~100000ppm望ましくは1~100000ppmの有効成分濃度で行なう。これらの有効成分濃度は、製剤の形態及び施用する方法、目的、時期、場所及び害虫の発生状況等によって適当に変更できる。例えば、水生有害虫の場合、上記濃度範囲の薬液を発生場所に散布しても防除できることから、水中での有効成分濃度範囲は上記以下である。単位面積あたりの施用量は1ha当り、有効成分化合物として約0.1~5000g好ましくは10~1000gが使用される。しかし、特別の場合には、これらの範囲を逸脱することも可能であ 40る。

【0095】本発明化合物を含有する種々の製剤、またはその希釈物の施用は、通常一般に行なわれている施用方法すなわち、散布(例えば散布、噴霧、ミスティング、アトマイジング、散粒、水面施用等)、土壌施用(混入、灌注等)、表面施用(塗布、粉衣、被覆等)、浸漬毒餌等により行うことができる。また、家畜に対し

て前記有効成分を飼料に混合して与え、その排泄物での有害虫、特に有害昆虫の発生生育を防除することも可能である。またいわゆる超高濃度少量散布法(ultralow volume)により施用することもできる。この方法においては、活性成分を100%含有することが可能である。

20

【0096】また、本発明の有害動物防除剤の施用には、有害動物に直接施用する場合の他に、式(I)のアミド系化合物又はその塩が有害動物に作用するいかなる場合の施用をも含むものとする。そのような例としては、他の有効成分化合物が土壌などの環境中で式(I)のアミド系化合物に分解された後、有害動物に作用するような場合が挙げられる。

[0097]

【実施例】以下に本発明の実施例を記載するが、本発明 はこれら実施例のみに限定されるものではない。

【0098】合成例

N- [(5-トリフルオロメチル)-2-ピリジルメチル]-4-トリフルオロメチル-3-ピリジンカルボキサミド(化合物No. 1)の合成

【0099】(1)5-トリフルオロメチルー2-ピリジルメチルアミンの合成

2-シアノ-5-トリフルオロメチルピリジン1.5g のエタノール15ml溶液に10%パラジウム炭素0. 15gを加え、水素加圧下で15時間撹拌した。反応終 了後、還元触媒をセライトで除去し、ろ液を濃縮して5 ートリフルオロメチル-2-ピリジルメチルアミンの粗 生成物1.0gを得た。このものは精製せずに次の反応 に用いた。

(2) 4-トリフルオロメチル-3-ピリジンカルボン酸0.40gと塩化チオニル0.50gのベンゼン10m | 溶液を触媒量のジメチルホルムアミドの存在下に30分間加熱還流した。過剰の塩化チオニルとベンゼンを減圧留去後、残渣をテトラヒドロフラン15m | に溶解した。これにトリエチルアミン0.42gと前記(1)で得られた5-トリフルオロメチル-2-ピリジルメチルアミン1.0gを加え室温で18時間攪拌後、水に注ぎ酢酸エチルで抽出した。有機層を塩化アンモニウム水溶液、水、飽和食塩水で洗い、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、減圧下濃縮した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーで精製して融点133.5-137℃の目的物(化合物No.1)0.31gを得た。

【0100】本発明によって製造された一般式(I)の 化合物を表1~表3に記載する。

[0101]

【表1】

(12)

特開平7-25853

21

表1

4X I			
化合物 No.	- A - X	R	物性
1	-CH <sub>2</sub> -CF <sub>3</sub>	Н	m.p. 133.5 −137°C
2	$-CH_2 \longrightarrow C\ell$	Н	m. p. 163-17 <del>0</del> °C
3	$-CH_2 \longrightarrow N - C\ell$	Ĥ	m. p. 147−149°C
4	$-CH_2 \longrightarrow C\ell$	Н	m. p. 101 — 103. 5℃
5	$ \begin{array}{c c} C \ell \\ -C H_2 \\ C \ell \end{array} $ $ \begin{array}{c c} C \ell \\ N \\ C \ell \end{array} $	н	m. p. 194-201°C
6	$-CH_2 \longrightarrow N$	Н	m. p. 144-148 °C
7	$C F_3$ $-C H_2 \longrightarrow N$	Н	m.p. 110-113°C
8	$-CH_2 - \bigcirc$	- C H 3	m. p. 81 – 82. 5°C

[0102]

【表2】

(13)

特開平7-25853

24

表 2

23

3X Z			
化合物 No.	- A - X	R	物性
9	$-CH_2 \longrightarrow CF_3$	Н	m. p. 86−92°C
1 0	$-CH_2CH_2 \longrightarrow N$	Н	m. p. 89.5-91.5°C
1 1	$-CH(CH_3) \longrightarrow N$	Н	m. p. 100. 5 −101. 5°C
12	$-CH_{2} - CH_{2} - C\ell$	н	m. p. 177-179°C
1 3	$-CH_2 - C \ell$	Н	m. p. 141 – 147°C
1 4	$-CH_2 \longrightarrow N$	H	m. p. 145.5-147°C
1 5	$\begin{array}{c c} C & C & C & C & H_3 \\ C & \ell & N & C & C & H_3 \\ \end{array}$	Н	m. p. 120-123°C
1 6	$-CH_2 \longrightarrow CH_3$	Н	m. p. 125 – 127°C
17	$-CH_2 - C(CH_3)_3$	H	油状物質

[0103]

【表3】

· • . .

25

妻 3

化合物	- A - X	R	物性
1 8	$-CH_2 \longrightarrow N$	н	ns. p. 98-102°C
1 9	$-CH_2 - O$	н	m. p. 175-177°C
2 0	- C H 2 - N	Н	m. p. 83−86°C
21	$C \ell$ $-C H_2 \longrightarrow C F_3$	Н	m.p. 112-117℃

【0104】試験例1 モモアカアプラムシ殺虫試験 有効成分化合物のそれぞれの製剤品を水に分散させ、濃 度を800ppmに調整した。本葉1枚のみを残したポ ット(直径8cm、高さ7cm)植えナスの葉柄に粘着 剤を塗布した後、その本葉にモモアカアプラムシ無翅胎 生雌成虫を2~3頭接種し、産仔させた。接種2日後成 虫を除去し、幼虫数をかぞえた。この幼虫の寄生したナ ス葉を前記の濃度に調整した薬液に約10秒間浸漬処理 30 し、風乾後26℃の照明付恒温室内に放置した。処理後 5日目に生死を判定し、下記の計算式により死虫率を求 めた。なお、離脱虫は死亡したものとみなした。

[0105] ,

死虫率 (%) =死虫数/処理虫数× 100

【0106】化合物NO. 1~4及び6~21が100 %の死虫率を、また化合物NO. 5は90~99%の死 虫率を示した。

【0107】試験例2 モモアカアプラムシ浸透移行性 試験

有効成分化合物のそれぞれの製剤品を水に分散させ、濃 度を800ppmに調整した。本葉1枚のみを残したポ ット(直径8cm、高さ7cm)の植えナスの葉柄に粘 着剤を塗布した後、その本葉にモモアカアプラムシ無翅 胎生雌成虫を2~3頭接種し、産仔させた。接種2日後 成虫を除去し、幼虫数をかぞえた。この幼虫の寄生した ナスに、前記の濃度に調整した薬液10mlを土壌灌注 処理し、26℃の照明付恒温室内に放置した。処理5日 後に生死を判定し、前記試験例1の場合と同様にて死虫 率を求めた。なお、離脱虫は死亡したものとみなした。

【0108】化合物No. 1~4、7、8、12及び1 3が100%の死虫率を示した。

26

【0109】次に本発明の製剤例を記載するが、本発明 における化合物、配合割合、剤型などは下記の記載例の みに限定されるものではない。

【0110】製剤例1

(イ) 化合物No. 1

20重量部

(ロ) カオリン

72重量部 8重量部

(ハ) リグニンスルホン酸ソーダ 以上のものを均一に混合して水和剤とする。

【0111】製剤例2

(イ) 化合物No. 4

5 重量部

(ロ) タルク

95重畳部

以上のものを均一に混合して粉剤とする。

【0112】製剤例3

(イ) 化合物No. 2

20重量部 20重量部

(ロ) N, N' -ジメチルアセトアミド

(ハ) ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル

10重量部

(二) キシレン

以上のものを均一に混合、溶解して乳剤とする。

【0113】製剤例4

(イ) カオリン

68重量部

(ロ) リグニンスルホン酸ソーダ

2重量部

(ハ) ポリオキシエチレンアルキルアリールサルフェー

Ь

5 重量部

(二) 微粉シリカ

25重量部

50 以上の各成分の混合物と化合物No. 5とを4:1の重

(15)

特開平7-25853

**畳割合で混合し、水和剤とする。** 

【0114】製剤例5

(イ) 化合物No. 12

50重量部

(ロ) オキシレーテッドポリアルキルフェニルフォスフ

ェートートリエタノールアミン

2重量部

(ハ) シリコーン

(二) 水

0.2重量部 47.8重量部

以上のものを均一に混合、粉砕した原液に更に

(ホ) ポリカルボン酸ナトリウム

5重量部

(へ) 無水硫酸ナトリウム

42.8重量部

を加え均一に混合、乾燥して顆粒水和剤とする。

【0115】製剤例6

(イ) 化合物No. 6

5 重量部

(ロ) ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル

(ハ) ポリオキシエチレンの燐酸エステル

0. 1重量部

(二) 粒状炭酸カルシウム

93.5重量部

(イ) ~ (ハ) を予め均一に混合し、適量のアセトンで 希釈した後、(二)に吹付け、アセトンを除去して粒剤 20 とする。

【0116】製剤例7

(イ) 化合物No. 16

2. 5 重量部

(ロ) N-メチルー2-ピロリドン

2. 5重量部

(ハ) 大豆油

95.0重量部

以上のものを均一に混合、溶解して微量散布剤(ult ra low volume formulatio n)とする。

【0117】製剤例8

(イ) 化合物No. 3

5 重量部

(ロ) N. N' -ジメチルアセトアミド

(ハ) ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル

10重量部

(二) キシレン

FΙ

70重量部

以上のものを均一に混合し乳剤とする。

【0118】製剤例9

(イ) 化合物No. 7

20重量部

(ロ) ラウリルサルフェートナトリウム塩

3 重量部

(ハ) 水溶性デンプン

77重量部

以上のものを均一に混合し、水溶剤とする。

#### フロントページの続き

(51) Int. Cl. 3	識別記号	厂内登理番
A 0 1 N 43/78	В	9155-4H
43/80	101	9155-4H
C 0 7 D 401/12	2 1 3	
405/12	213	
409/12	213	
413/12	213	
417/12	213	

(72)発明者 凝本 千晴

滋賀県草津市西渋川二丁目3番1号 石原 産業株式会社中央研究所内

技術表示箇所

			•
			÷
			_
 ·	·	·	
			: .
			·
			٠
•			
			•